



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 89105897.4

[51] Int.Cl<sup>3</sup>

C01B 31/12

[43] 公开日 1990年3月7日

[22] 申请日 89.4.1

[71] 申请人 张志强

地址 四川省乐山市泥溪河活性炭厂住宅

[72] 发明人 张志强

[74] 专利代理机构 乐山市专利事务所

代理人 李克雍

说明书页数: 7

附图页数: 1

[54] 发明名称 一种工业生产活性炭的方法

[57] 摘要

本发明是一种化学法生产活性炭的新方法,用以解决氯化锌法存在的污染环境、成本高的问题,它主要对氯化锌法做了如下改进:用氯化钙取代氯化锌作化学活化剂,选取了适当的活化温度和保温时间,采用了洗除骨架氯化钙的工艺。本发明主要用于改造现有氯化锌法活性炭厂或新建活性炭厂,以消除污染,降低生产成本。

## 权 利 要 求 书

---

1. 一种化学法生产活性炭的方法，包括用活化剂溶液浸渍含炭物、炭化、活化、回收、酸处理、漂洗、干燥、粉碎等工序，其特征是：（1）用  $\text{CaCl}_2$  作工业生产活性炭的活化剂，（2）活化温度控制在  $700^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ ，并保温10小时以上，（3）用除掉  $\text{Ca}^{++}$ 、 $\text{Cl}^-$  的清水制成的处理水洗除骨架  $\text{CaCl}_2$

2. 根据权利要求1所述的工业生产活性炭的方法，其特征还在于处理水水质的要求为  $\text{Ca}^{++} \leq 0.01\%$ ， $\text{Cl}^- \leq 0.01\%$ ， $\text{CO}_3^{--} \geq 0.5\%$ ，水温在  $80^\circ\text{C}$  以上。

3. 根据权利要求1所述的工业生产活性炭的方法，其特征还在于活化温度的最佳控制范围在  $850^\circ\text{C} \sim 900^\circ\text{C}$ ，最佳保温时间为24小时。

## 一种工业生产活性炭的方法

本发明涉及一种化学法活性炭制造方法，特别是一种用氯化钙 ( $\text{CaCl}_2$ ) 作活化剂的活性炭工业生产方法。

化学活性炭工业生产，过去和现在国内外都普遍采用氯化锌 ( $\text{ZnCl}_2$ ) 法。其生产方法如南京林产工业学院主编“木材热解工艺学”第六章：“化学药品活化法生产活性炭”所述，它是将含炭物在  $\text{ZnCl}_2$  溶液中浸渍后，在适当的温度下，经过炭化、活化与回收化学药品、酸处理、漂洗、粉碎、脱水、烘干等工序制取活性炭的一种方法。此法产品质量好而稳定，收率高，容易形成大生产能力，但  $\text{ZnCl}_2$  耗量大且原料紧，因而成本高，尤其是生产中泄放大量氯化氢，严重污染环境，日益为环境保护和治理所不容。

由于氯化钙化学性质非常稳定，在  $1600^\circ\text{C}$  以下不分解，无毒，不污染环境，价格低廉，取代氯化锌作活化剂可以克服污染问题，因而国内外都在致力研究，此法在一些文献中（如美国 J. W. 哈斯勒著“活性炭净化”，中国建筑工业出版社出版，1980年4月第一版163页“用金属氯化物碳化”）也会提到，但至今还未见在工业生产活性炭中，成功应用  $\text{CaCl}_2$  作活化剂的方法。

本发明的目的就是提供一种既能克服上述  $\text{ZnCl}_2$  法的缺点，又能应用于工业生产的化学法活性炭生产方法。

本发明的目的可以通过下述技术方案来达到。采用如附图所示工艺流程，包括含炭物筛选、 $\text{CaCl}_2$ （氯化钙）溶液配制、含炭物的浸渍淘洗、炭化、活化，回收 $\text{CaCl}_2$ 、洗除骨架 $\text{CaCl}_2$ 、酸处理、漂洗、粉碎、脱水、干燥等工序，其特征在于：1.在工业生产活性炭中用 $\text{CaCl}_2$ 作活化剂，2.活化温度选择在 $700^\circ\text{C}\sim 1000^\circ\text{C}$ 范围并保温10小时以上，3.洗除活化料中的骨架 $\text{CaCl}_2$ 。上述技术方案的活化机理是：饱浸了 $\text{CaCl}_2$ 的含炭物，当温度升至一定高度时，由于 $\text{CaCl}_2$ 的熔焔、电离和强烈的吸水作用、芳香缩合作用而不使含炭物塑化、低分子化进而催化脱水，并形成缩紧的乱层微晶结构的炭。在这复杂的物理化学过程中， $\text{CaCl}_2$ 同时又呈均匀分布的骨架支撑在新生的炭体里面。新生的乱层微晶结构的炭，以它新生的键力与 $\text{CaCl}_2$ 顽固地结合在一起，大约相当于炭体15%的骨架 $\text{CaCl}_2$ 由于和炭体的这种结合变成即使强酸、强碱也难溶的 $\text{CaCl}_2$ ，本方案的技术关键也就在于洗除骨架 $\text{CaCl}_2$ 。在本发明中，洗除骨架采用经过特殊处理，去除了 $\text{Ca}^{++}$ 、 $\text{Cl}^-$ 的清水，这种特殊水称为处理水，对处理水的要求是 $\text{Ca}^{++}<0.01\%$ ， $\text{Cl}^-<0.01\%$ 、 $\text{CO}_3^{--}\geq 0.5\%$ 。

处理水的制造在一普通硅酸盐水泥池内间歇进行。操作时在池内注存适量的待处理清水，通入蒸汽使水温保持在 $60^\circ\text{C}$ 以上。将10% $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 液搅拌加入至水液刚显弱碱性。再将5% $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$

液少量搅拌加入至池液碱性刚刚消失，然后加入少量10%  $H_2SO_4$  液至池液，取小样煮沸后经10%的  $BaCl_2$  液滴入至刚能发现有白色  $BaSO_4$  沉淀，再加入0.5%  $AgNO_3$  液至池液，取小样经过滤用0.5%  $AgNO_3$  液检查无浑浊现象时再往池液里补加相当于池液量1%左右  $Na_2CO_3$  以使水液呈微碱性为止，将沉淀物分离后即为符合要求的处理水。

本发明的优点是不污染环境，生产成本比  $ZnCl_2$  法小，产品性能全面，一炭多用，针对范围宽，质量优于部标（林业部标准LY216-79），以一级品为例，本方法生产的活性炭，脱色力A法焦糖色 100~120%，亚甲兰（ml） 1.4~1.8。

附图说明：

- |                  |         |
|------------------|---------|
| 1—含炭物筛选。         | 9—中检    |
| 2— $CaCl_2$ 溶液配制 | 10—酸处理  |
| 3—含炭物浸渍、淘洗       | 11—漂洗   |
| 4—炭化             | 12—成品检验 |
| 5—活化             | 13—粉碎   |
| 6—回收 $CaCl_2$    | 14—脱水   |
| 7—洗除骨架 $CaCl_2$  | 15—干燥   |
| 8—漂洗             |         |

下面结合实例对本发明做进一步描述。本例的含炭物是木屑，  
对各原、配料的要求如下列各表：

### 1. 木屑规格要求

项 目	工 艺 要 求	备 注
品 种	杉木屑松木屑、各种杂木	
粒 度	6~60目	
纯 度	不含板皮、木块、泥、沙、石、铁屑、钉等	

2 氯化钙、工业氯化钙无论  $\text{CaCl}_2$  或  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$   
两种形式均可，其质量要求为：

### 氯化钙质量要求

指 标 名 称	含 量%	备 注
氯化钙 $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$\geq 69 \sim 70.5$	二水氯化钙形式
氯化钙 $\text{CaCl}_2$ -----	$\geq 96$	无水氯化钙
氯化物 (以 $\text{NaCl}$ 计) -----	$\leq 2$	
· 镁及碱金属 (以 $\text{SO}_4^{2-}$ 计) $\leq 1$		

3. 盐酸、工业盐酸其质量要求为：

指 标 名 称	含 量%	备 注
盐酸 ( $\text{HCl}$ ) -----	$\geq 28$	$< 28\%$ 也可用
重金属	$\leq 0.005$	
铁 盐 -----	$\leq 0.02$	
硫酸盐 (以 $\text{SO}_4^{2-}$ 计) -----	$\leq 0.1$	

## 4. 纯碱、本工艺使用特种工业纯碱

## 质 量 标 准

指 标 名 称	含 量%	备 注
$\text{Na}_2\text{CO}_3$ -----	$\geq 98.5$	$\leq 98\%$ 也可用
$\text{NaCl}$ -----	$\leq 1.0$	
铁盐 (以 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 计)	0.01	
水不溶物 -----	$\leq 0.15$	
硫酸盐 (以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计)	$\leq 0.08$	

## 5. 硝酸钡质量要求

指 标 名 称	含 量%	备 注
$\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ -----	$\geq 99$	
氯化物 -----	$\leq 0.015$	
硫酸盐 -----	$\leq 0.05$	

## 6. 硫酸、质量要求

指 标 名 称	含 量%	备 注
$\text{H}_2\text{SO}_4$ -----	$\geq 95$	小于 95%也可用
氯化物 (Cl) -----	$\leq 0.001$	
铵 盐 ( $\text{NH}_4$ ) -----	$\leq 0.001$	
重金属 (以 Pb 计) -----	$\leq 0.001$	
铁 (Fe) -----	$\leq 0.001$	

## 7. 硝酸银、工业硝酸盐

指标名称	含量%	备注
$\text{AgNO}_3$ -----	$\geq 99.5$	$\leq 99.5$ 也可用
硫酸盐 ( $\text{SO}_4$ ) -----	$\leq 0.005$	
铜 ( $\text{Cu}$ ) -----	$\leq 0.001$	
铅 ( $\text{Pb}$ ) -----	$\leq 0.001$	

8. 处理水、洗除骨架  $\text{CaCl}_2$  工序、水质  
须经特殊处理，符合以下标准：

指标名称	含量%	备注
$\text{Ca}^{++}$ -----	$\leq 0.001$	
$\text{Cl}^-$ -----	$\leq 0.001$	
$\text{SO}_4^{--}$ -----	$\leq 0.01$	
$\text{CO}_3^{--}$ -----	$\geq 0.5$	

1. 木屑筛选：在配有磁铁的振动筛中进行
2.  $\text{CaCl}_2$  溶液的配制：将  $\text{CaCl}_2$  在  $80^\circ\text{C}$  以上的水中溶解，要求  $50\text{Be}$  /  $80^\circ\text{C}$  左右， $\text{PH}$  值 4—6。
3. 浸渍、淘洗：将木屑在耐酸水泥池中用  $\text{CaCl}_2$  溶液浸渍淘洗，浸渍时间不得低于 8 小时，这种经浸渍的料称“钙屑料”。
4. 炭化：将钙屑料在炭化炉中炭化，要求炉温在  $700^\circ\text{C}$  左右，料温  $400^\circ\text{C}$  左右。当炭化料呈暗红色时即可出料。



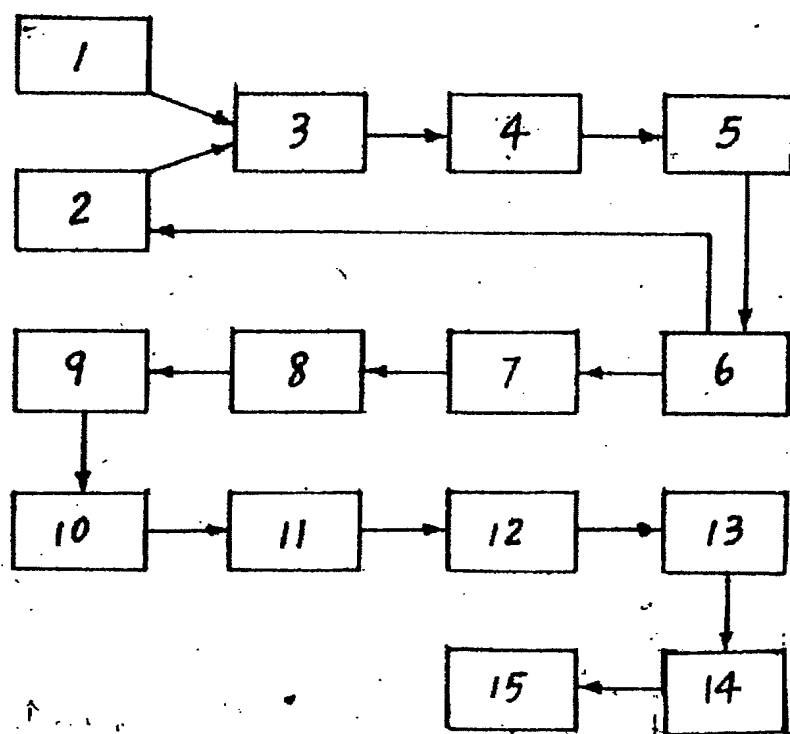
5. 活化：在用耐火泥烧制的活化罐中进行，最佳活化温度选在  $850^{\circ}\text{C} \sim 900^{\circ}\text{C}$ ，最佳保温时间为  $24 \sim 30$  小时。从活化料中取小样，经洗除骨架  $\text{CaCl}_2$ 、酸煮、漂洗处理后，测定其脱亚甲兰、焦糖的能力和灼烧残渣（灰分）的高低，要求亚甲兰为  $14 \sim 17 \text{ ml}$ ，焦糖为  $100 \sim 120\%$ ，灰分为  $2 \sim 4\%$ 。

6. 回收活化料中的  $\text{CaCl}_2$ ，回收方法与  $\text{ZnCl}_2$  法相同。

7. 洗除骨架  $\text{CaCl}_2$ ：将经多次回收工序后的活化料投入此工序，先用清水洗滤，待检查滤液  $\text{Cl}^-$  浓度与注入清水的  $\text{Cl}^-$  浓度相等时，再将清水换为“处理水”，水温保持在  $80^{\circ}\text{C}$  以上，继续过滤洗除，直至检查洗液的  $\text{Cl}^-$  与注入处理水中的  $\text{Cl}^-$  相等时为止。

8. 将洗除骨架  $\text{CaCl}_2$  后的活化料投入后续酸处理、漂洗、粉碎、干燥等常规工序，这些是  $\text{ZnCl}_2$  法已有技术，不赘述。

# 说明书附图



## CLAIMS

1. A method to produce activated carbon by chemical way, comprising such processes as soaking carbon-containing material with an activator solution, charring, activating, recycling, acid treating, rinsing, drying and smashing, characterized by 1) using  $\text{CaCl}_2$  as an activator for industrial production of activated carbon, 2) controlling the activating temperature at  $700^\circ\text{C}$ - $1000^\circ\text{C}$  and keeping warm for over 10 hours, and 3) using the treating water made by clear water with its  $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Cl}^-$  removed to wash away skeleton  $\text{CaCl}_2$ .

2. The method to produce activated carbon industrially as set forth in Claim 1, further characterized in that the water quality of treating water requires for  $\text{Ca}^{++} \leq 0.01\%$ ,  $\text{Cl}^- \leq 0.01\%$ ,  $\text{CO}_3^{--} \geq 0.5\%$  and water temperature over  $80^\circ\text{C}$ .

3. The method to produce activated carbon industrially as set forth in Claim 1, further characterized in that the best control range of activating temperature is at  $850^\circ\text{C}$ - $900^\circ\text{C}$ , and the best time to keep warm is 24 hours.